

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-75861

(P2005-75861A)

(43) 公開日 平成17年3月24日(2005.3.24)

(51) Int. Cl.⁷
C08F 20/02
A61K 7/06

F 1
C08F 20/02
A61K 7/06

テーマコード (参考)
4C083
4J100

審査請求 未請求 請求項の数 12 O L (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2003-305016 (P2003-305016)
 (22) 出願日 平成15年8月28日 (2003.8.28)

(71) 出願人 000005968
 三菱化学株式会社
 東京都港区芝五丁目3番8号
 (74) 代理人 100103997
 弁理士 長谷川 暁司
 (72) 発明者 奥田 祥也
 三重県四日市市東邦町1番地 三菱化学株式会社内
 Fターム(参考) 4C083 AC711 AC712 AD092 AD132 BB07
 BB36 CC31 CC33 DD23 DD27
 EE28
 4J100 AL08P AM19P BA29P BA32P CA01
 CA04 CA31 DA38 HA31 HC43
 JA61

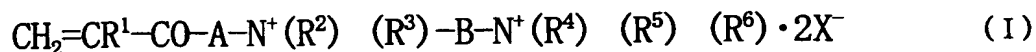
(54) 【発明の名称】 水溶性樹脂及びこれを含有する毛髪化粧料

(57) 【要約】

【課題】 両性界面活性剤を主成分とする毛髪化粧料に用いることにより、良好な指通り性を示す毛髪化粧料を与えるコンディショニング用樹脂を提供する。

【解決手段】 下記一般式 (I)

【化1】



10

(式中、A及びBはそれぞれ2価の結合基を表し、R¹は水素原子又はメチル基を表し、R²～R⁵はそれぞれ独立して炭素数1～3のアルキル基を表し、R⁶は炭素数6～30のアルキル基を表し、Xは1価の陰イオンを表す。)

で表される長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体に由来する構成単位を含むことを特徴とする水溶性樹脂。

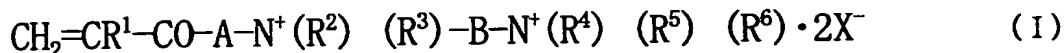
【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 (I)

【化 1】



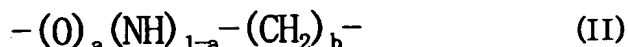
(式中、A 及び B はそれぞれ 2 価の結合基を表し、 R^1 は水素原子又はメチル基を表し、 $\text{R}^2 \sim \text{R}^5$ はそれぞれ独立して炭素数 1 ～ 3 のアルキル基を表し、 R^6 は炭素数 6 ～ 30 のアルキル基を表し、X は 1 価の陰イオンを表す。)

で表される長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体に由来する構成単位を含むことを特徴とする水溶性樹脂。

【請求項 2】

2 価の結合基 A が、下記一般式 (II)

【化 2】



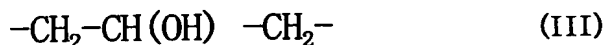
(式中、a は 0 又は 1 を表し、b は 2 ～ 6 の整数を表す。)

で表される基であることを特徴とする請求項 1 記載の水溶性樹脂。

【請求項 3】

2 価の結合基 B が、下記一般式 (III)

【化 3】



で表される基であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の水溶性樹脂。

【請求項 4】

更に一般式 (I) 以外の親水性ビニル単量体に由来する構成単位を含むことを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の水溶性樹脂。

【請求項 5】

親水性ビニル単量体が、カチオン性基含有ビニル単量体、ベタイン基含有ビニル単量体、又はアミノオキサイド基含有ビニル単量体であることを特徴とする請求項 4 記載の水溶性樹脂。

【請求項 6】

水溶性樹脂が、一般式 (I) に由来する構成単位を 1 モル % 以上含有することを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の水溶性樹脂。

【請求項 7】

水溶性樹脂が、5 重量 % 濃度で水に溶解するものであることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の水溶性樹脂。

【請求項 8】

請求項 1 乃至 7 のいずれかに記載の水溶性樹脂及び両性界面活性剤を含有することを特徴とする毛髪化粧料。

【請求項 9】

両性界面活性剤 10 ～ 30 重量 % 及び水溶性樹脂 0.1 ～ 1 重量 % を含有する水溶液であることを特徴とする請求項 8 記載の毛髪化粧料。

10

20

30

40

50

【請求項 10】

両性界面活性剤が、ラウリルアミドプロピルベタインであることを特徴とする請求項 8 又は 9 記載の毛髪化粧料。

【請求項 11】

常温で透明であり、かつ水で 5 倍希釈したとき、希釈液が不均一又は不透明となることを特徴とする請求項 9 又は 10 記載の毛髪化粧料。

【請求項 12】

両性界面活性剤 10～30 重量% 及び水溶性樹脂 0.1～1 重量% を含有し、常温で透明であり、かつ水で 5 倍希釈したとき、希釈液が不均一又は不透明となることを特徴とする毛髪化粧料。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は水溶性樹脂に関するものであり、特に両性界面活性剤を主成分とする毛髪化粧料に添加したときに、この毛髪化粧料で処理された毛髪に良好な指通り性等のコンディショニング効果を与える水溶性樹脂に関するものである。

【背景技術】

【0002】

シャンプー、リンス、トリートメント剤、セット剤などの毛髪化粧料には、洗髪後の毛髪の指通り性や柔軟性等の良好な感触を付与するために、いわゆるコンディショニング剤が配合されている。例えば、シャンプーには、通常、カチオン化ヒドロキシセルロース等のカチオン性コンディショニング剤が配合されているが、このカチオン性コンディショニング剤は洗浄成分であるアニオン性界面活性剤と複合体を形成して溶解している。そしてこの複合体が、洗髪や濯ぎの際、水で希釈されて析出し毛髪に付着することにより、毛髪に良好な指通り性を与えている。

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

しかしながら、アニオン性界面活性剤を主成分とする毛髪化粧料は、洗浄性が高い反面、毛髪を傷めやすいという問題がある。

30

一方、両性界面活性剤を主成分とする毛髪化粧料は、適度な洗浄性を示すため毛髪を傷めにくいという特性を有する。しかし、カチオン性コンディショニング剤は、通常、両性界面活性剤と複合体を形成しないため、洗髪や濯ぎに際して析出せず、毛髪の指通り性が悪いという問題がある。

【0004】

したがって、本発明は、両性界面活性剤を主成分とする毛髪化粧料に用いることにより、良好な指通り性を示す毛髪化粧料を与えるコンディショニング用樹脂を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

40

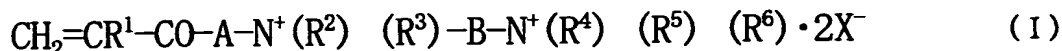
【0005】

本発明者は、上記課題に鑑み、鋭意検討したところ、両性界面活性剤を主成分とし、長鎖アルキル基と複数のカチオン性基を含有するカチオン性ビニル単量体（以下「長鎖アルキル基を含有するビニル性単量体」という。）に由来する構成単位からなる水溶性樹脂を含む毛髪化粧料が良好な指通り性を示すことを見出し、本発明を完成させた。

すなわち、本発明の要旨は、下記一般式（I）

【0006】

【化 4】



【0007】

(式中、A 及び B はそれぞれ 2 価の結合基を表し、 R^1 は水素原子又はメチル基を表し、 $\text{R}^2 \sim \text{R}^5$ はそれぞれ独立して炭素数 1～3 のアルキル基を表し、 R^6 は炭素数 6～30 のアルキル基を表し、X は 1 価の陰イオンを表す。)

で表される長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体に由来する構成単位を含むことを特徴とする水溶性樹脂、に存する。なお、本明細書において、両性界面活性剤とはアミノ酢酸ベタイン、イミダゾリウムベタイン、スルホベタイン、アミドプロピルベタイン等の親水部に両性基を有する化合物、又はアミノオキサイド等の半極性基を有する化合物を意味する。

【発明の効果】

【0008】

本発明に係る水溶性樹脂及び両性界面活性剤を配合した毛髪化粧料は、指通り性が優れているのに対し、長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体に由来する構成単位を含まない樹脂及び両性界面活性剤を配合した毛髪化粧料は、指通り性に劣っている。

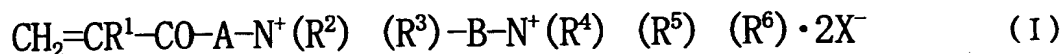
【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明に係る水溶性樹脂は、下記一般式 (I) で表される長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体に由来する構成単位を含むものである。

【0010】

【化 5】



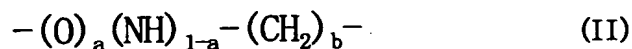
【0011】

(式中、A 及び B はそれぞれ 2 価の結合基を表し、 R^1 は水素原子又はメチル基を表し、 $\text{R}^2 \sim \text{R}^5$ はそれぞれ独立して炭素数 1～3 のアルキル基を表し、 R^6 は炭素数 6～30 のアルキル基を表し、X は 1 価の陰イオンを表す。)

A としては、下記一般式 (II)

【0012】

【化 6】



【0013】

(式中、a は 0 又は 1 を表し、b は 2～6 の整数を表す。)

で表されるものが挙げられ、b としては 2～4 の整数が好ましい。

B としては、水酸基を有していてもよい炭素数 2～6 のアルキレン基が挙げられ、下記一般式 (III)

【0014】

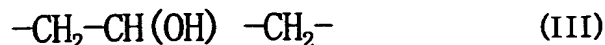
10

20

30

40

【化 7】



【0015】

で表されるものが好ましい。

R^6 の炭素数が少ないと指通り性が低下することがある。逆に、炭素数が多すぎるとコンディショニング剤用樹脂の疎水性が高くなり、毛髪化粧料への配合性が低下し、かつ水溶性樹脂の製造が困難になることがある。したがって、 R^6 の炭素数としては、10～22、特に12～18が好ましい。

【0016】

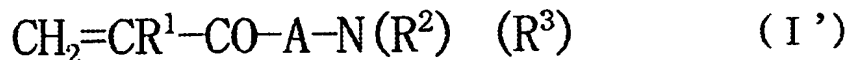
長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体としては、例えば、N-(メタ)アクリロイルオキシエチル-N, N-ジメチルアミン等の三級アミノ基を有する(メタ)アクリレート類や、N-(メタ)アクリロイルアミノプロピル-N, N-ジメチルアミン等の三級アミノ基を有する(メタ)アクリルアミド類を、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N, N-ジメチル-N-オクチルアンモニウムクロリド、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N, N-ジメチル-N-ラウリルアンモニウムクロリド、又は3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N, N-ジメチル-N-ステアリルアンモニウムクロリドで四級化したもの等が挙げられる。なかでも、N-(メタ)アクリロイルオキシエチル-N, N-ジメチルアミンの3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N, N-ジメチル-N-ラウリルアンモニウムクロリドによる四級化物、又はN-(メタ)アクリロイルアミノプロピル-N, N-ジメチルアミンの3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N, N-ジメチル-N-ラウリルアンモニウムクロリド四級化物が好ましい。

【0017】

長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体に由来する構成単位を含む水溶性樹脂は、一般式(I)の長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体を常法により重合させるか、又は下記一般式(I')で表される長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体の前駆体を重合させた後に、長鎖アルキル基を含有するカチオン性基を有するカチオン化剤によりカチオン化することにより製造することができる。

【0018】

【化 8】



【0019】

(式中、A及び $\text{R}^1 \sim \text{R}^3$ は前記と同義である。)

一般式(I')で表される長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体の前駆体としては、例えば、N-(メタ)アクリロイルオキシエチル-N, N-ジメチルアミン、N-(メタ)アクリロイルオキシエチル-N, N-ジエチルアミン等の三級アミノ基を有する(メタ)アクリレート類や、N-(メタ)アクリロイルアミノプロピル-N, N-ジメチルアミン、N-(メタ)アクリロイルアミノプロピル-N, N-ジエチルアミン等の三級アミノ基を有する(メタ)アクリルアミド類が挙げられる。また、長鎖アルキル基を含有するカチオン化剤としては、例えば、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N, N-ジメチル-N-オクチルアンモニウムクロリド、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N, N-ジメチル-N-ラウリルアンモニウムクロリド、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N, N-ジメチル-N-ステアリルアンモニウムクロリド等が挙げられる。

なお、これらの長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体、その前駆体、及び長鎖アルキル基を含有するカチオン性基を有するカチオン化剤は、1種類を単独で用いても、2種類以上を併用してもよい。

【0020】

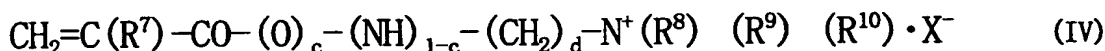
水溶性樹脂は、更に一般式 (I) 又は (I') の単量体と共重合可能な親水性ビニル単量体由来する構成単位を含んでもよい。このような親水性ビニル単量体としては、カチオン性ビニル単量体、アニオン性ビニル単量体、ノニオン性ビニル単量体、両性ビニル単量体、又は半極性ビニル単量体等が挙げられる。これらのうち、カチオン性ビニル単量体、両性ビニル単量体又は半極性ビニル単量体が、配合性やコンディショニング特性が優れているので好ましい。なお、本明細書において、親水性ビニル単量体とは、20℃の蒸留水への溶解度 (g/100g 水) が20以上、又はそのホモポリマーの溶解度が5以上のいずれかを満たすものである。

【0021】

カチオン性ビニル単量体としては、下記一般式 (IV)

【0022】

【化9】



【0023】

(式中、 R^7 は水素原子又はメチル基を表し、 R^8 及び R^9 はそれぞれ独立して炭素数1～3のアルキル基を表し、 R^{10} は水素原子、炭素数1～24のアルキル基、アリール基、アラルキル基又は $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{N}^+(\text{R}^{11})(\text{R}^{12})(\text{R}^{13})\cdot\text{Y}^-$ 基を表し、 $\text{R}^{11}\sim\text{R}^{13}$ はそれぞれ独立して炭素数1～3のアルキル基、アリール基又はアラルキル基を表す。 X^- 及び Y^- は陰イオンを表す。 c は0又は1を表す。 d は2～6の整数を表す。)

で表わされるカチオン性基を有する(メタ)アクリル酸エステル又は(メタ)アクリル酸アミドが好ましい。

【0024】

R^{10} の炭素数が多いとコンディショニング剤用樹脂の親水性が低くなるので、 R^{10} の炭素数としては、1～8、特に1～3が好ましい。

R^{10} 又は $\text{R}^{11}\sim\text{R}^{13}$ のアリール基としては、フェニル基、ナフチル基等が挙げられ、フェニル基が好ましい。

R^{10} 又は $\text{R}^{11}\sim\text{R}^{13}$ のアラルキル基としては、ベンジル基、フェニルエチル基等が挙げられ、ベンジル基が好ましい。

【0025】

X^- 及び Y^- としては、塩素イオン、臭素イオン、ヨウ素イオン、乳酸イオン、脂肪酸イオン又は炭素数1～24のモノアルキル硫酸イオンが挙げられる。

一般式 (IV) で表わされるカチオン性ビニル系単量体としては、例えば、 $\text{N}-(\text{メタ})$ アクリロイルオキシエチル- N , N , N -トリメチルアンモニウムクロリド、 $\text{N}-(\text{メタ})$ アクリロイルオキシエチル- N , N -ジメチルアンモニウム乳酸中和物、 $\text{N}-(\text{メタ})$ アクリロイルオキシエチル- N -エチル- N , N -ジメチルアンモニウム=モノエチル硫酸塩、 $\text{N}-(\text{メタ})$ アクリロイルオキシエチル- N , N , N -トリエチルアンモニウム=モノエチル硫酸塩、 $\text{N}-[3-\{\text{N}'-(\text{メタ})$ アクリロイルオキシエチル- N' , N' -ジメチルアンモニウム}-2-ヒドロキシプロピル]- N , N , N -トリメチルアンモニウムクロリド、 $\text{N}-[3-\{\text{N}'-(\text{メタ})$ アクリロイルオキシエチル- N' , N' -ジエチルアンモニウム}-2-ヒドロキシプロピル]- N , N , N -トリエチルアンモニウムクロリド等のカチオン性基を有する(メタ)アクリル酸エステル類; $\text{N}-(\text{メタ})$ アクリロイルアミノプロピル- N , N , N -トリチルアンモニウムクロライド、 $\text{N}-(\text{メタ})$

10

20

30

40

50

）アクリロイルアミノプロピル-N，N-ジチルアミン乳酸中和物、N-（メタ）アクリロイルアミノプロピル-N-エチル-N，N-ジメチルアンモニウム=モノエチル硫酸塩、N-（メタ）アクリロイルアミノプロピル-N，N-ジエチル-N-メチルアンモニウムクロリド、N-（メタ）アクリロイルアミノプロピル-N，N-ジエチル-N-メチルアンモニウム=モノメチル硫酸塩、N-[3-{N'-（メタ）アクリロイルアミノプロピル-N'，N'-ジメチルアンモニウム}-2-ヒドロキシプロピル]-N，N，N-トリメチルアンモニウムクロリド、N-[3-{N'-（メタ）アクリロイルアミノプロピル-N'，N'-ジエチルアンモニウム}-2-ヒドロキシプロピル]-N，N，N-トリメチルアンモニウムクロリド等のカチオン性基を有する（メタ）アクリルアミド類などが挙げられる。

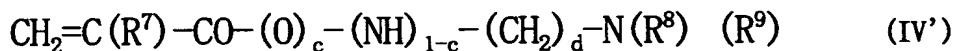
10

【0026】

これらのカチオン性ビニル単量体由来の構成単位を含む水溶性樹脂は、一般式（I）の長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体と一般式（IV）のカチオン性ビニル単量体とを常法により共重合させるか、又は下記一般式（IV'）

【0027】

【化10】



20

【0028】

（式中、 $\text{R}^7 \sim \text{R}^9$ は前記と同義である。）

で表されるカチオン性ビニル単量体前駆体を共重合させた後に、カチオン化剤でカチオン化することにより製造することができる。

カチオン性ビニル単量体前駆体としては、例えば、N-（メタ）アクリロイルオキシエチル-N，N-ジメチルアミン、N-（メタ）アクリロイルオキシエチル-N，N-ジエチルアミン等の三級アミンを有する（メタ）アクリル酸エステル類；N-（メタ）アクリロイルアミノプロピル-N，N-ジメチルアミン、N-（メタ）アクリロイルアミノプロピル-N，N-ジエチルアミン等の三級アミンを有する（メタ）アクリルアミド類などが挙げられる。

30

【0029】

カチオン化剤としては、メチルクロリド等のアルキルハライド及び3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル-N，N，N-トリメチルアンモニウムクロリド等のカチオン基含有カチオン化剤等が挙げられる。

なお、カチオン性ビニル単量体又はその前駆体は、1種類を単独で用いても、2種類以上を併用してもよい。

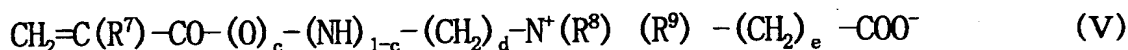
【0030】

両性ビニル単量体としては、ペタイン基含有ビニル単量体が挙げられ、なかでも下記一般式（V）

40

【0031】

【化11】



【0032】

（式中、 $\text{R}^7 \sim \text{R}^9$ 、c及びd前記と同義であり、eは1～4の整数を表す。）

で表わされるペタイン基を有する（メタ）アクリル酸エステル又は（メタ）アクリル酸アミドが好ましい。

50

一般式 (V) で表わされるベタイン基を有するビニル系単量体としては、例えば、N-ジメチルアミノエチル (メタ) アクリレート、N, N-ジエチルアミノエチル (メタ) アクリレート、N, N-ジメチルアミノプロピル (メタ) アクリレート、N, N-ジエチルアミノプロピル (メタ) アクリレート等の3級アミノ基を有する (メタ) アクリレート類の酢酸ベタイン化物；N, N-ジメチルアミノエチル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジエチルアミノエチル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジメチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジエチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド等の3級アミノ基を有する (メタ) アクリルアミド類の酢酸ベタイン化物などが挙げられる。

これらのうち、N- (メタ) アクリロイルオキシエチル-N, N-ジメチルアミノ酢酸ベタイン、N- (メタ) アクリロイルアミノプロピル-N, N-ジメチルアミノ酢酸ベタインが好ましい。

10

【0033】

両性ビニル単量体由来の構成単位を含む水溶性樹脂は、一般式 (I) の長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体と一般式 (V) のベタイン基を有するビニル系単量体とを常法により共重合させるか、又は前記一般式 (IV') で表されるカチオン性ビニル単量体の前駆体とを共重合させた後に、両性化剤で両性化することにより製造することができる。このとき、必要に応じて脱塩処理等を行ってもよい。

【0034】

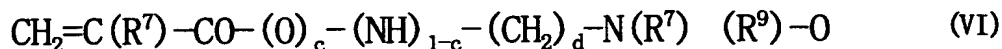
両性化剤としては、モノクロロ酢酸ナトリウム、モノクロロ酢酸カリウム等のモノハロゲン化酢酸塩が挙げられる。

20

半極性ビニル単量体としては、アミノオキサイド基含有ビニル単量体が挙げられ、下記一般式 (VI)

【0035】

【化12】



30

【0036】

(式中、 $\text{R}^7 \sim \text{R}^9$ 、 c 及び d 前記と同義である。)

で表わされるアミノオキサイド基を有する (メタ) アクリル酸エステル又は (メタ) アクリル酸アミドが好ましい。

一般式 (VI) で表わされる半極性ビニル単量体としては、例えば、N, N-ジメチルアミノエチル (メタ) アクリレート、N, N-ジエチルアミノエチル (メタ) アクリレート、N, N-ジメチルアミノプロピル (メタ) アクリレート、N, N-ジエチルアミノプロピル (メタ) アクリレート等の3級アミノ基を有する (メタ) アクリレート類のアミノオキサイド化物や、N, N-ジメチルアミノエチル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジエチルアミノエチル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジメチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジエチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド等の3級アミノ基を有する (メタ) アクリルアミド類のアミノオキサイド化物などが挙げられる。

40

【0037】

これらのうち、N, N-ジメチルアミノエチル (メタ) アクリレートのアミノオキサイド化物である N- (メタ) アクリロイルオキシエチル-N, N-ジメチルアミノオキサイド又は N, N-ジメチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミドのアミノオキサイド化物である N- (メタ) アクリロイルアミノプロピル-N, N-ジメチルアミノオキサイド、特に N- (メタ) アクリロイルアミノプロピル-N, N-ジメチルアミノオキサイドが好ましい。

【0038】

50

半極性ビニル単量体由来の構成単位を含む水溶性樹脂は、一般式 (I) の長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体と一般式 (VI) の半極性基を有するビニル系単量体とを常法により共重合させるか、又は前記一般式 (IV') で表されるカチオン性ビニル単量体の前駆体と共重合させた後に、半極性化剤で半極性化することにより製造することができる。

半極性化剤としては、例えば、過酸化水素等が挙げられる。

【0039】

水溶性樹脂中には、更に他のビニル単量体に由来する構成単位を含有させてもよい。他のビニル単量体としては、(メタ)アクリル酸と炭素数1~22の鎖状アルコール又はテトラヒドロフルフリルアルコール等の環状アルコールとのエステル；(メタ)アクリル酸とエチレングリコール又は1,3-プロピレングリコール等の多価アルコールとのモノエステル；前記モノエステルの水酸基がメタノールやエタノール等でエーテル化されたエステル；(メタ)アクリル酸と炭素数1~22のアルキルアミンとのアミドなどが挙げられる。

【0040】

本発明に係る水溶性樹脂に占める長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体に由来する構成単位は、通常1モル%以上である。この構成単位の含有量が少ないと複合体の形成力が弱く、析出性、指通り性が劣ることがある。したがって、水溶性樹脂中に占める長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体に由来する構成単位の割合は、2モル%以上、特に5モル%以上であるのが好ましい。

【0041】

親水性ビニル単量体由来の構成単位は、水溶性樹脂に親水性を付与する作用があり、両性界面活性剤と複合体を形成した際の水への溶解性を維持する。水溶性樹脂中に占める親水性ビニル単量体に由来する構成単位の割合は、通常99モル%未満である。この割合が高いと両性界面活性剤と水溶性樹脂との複合体の形成力が弱くなり、指通り性が劣ることがある。したがって、20~95モル%、特に50~90モル%が好ましい。

【0042】

他のビニル系単量体由来の構成単位は水溶性樹脂の配合性、析出性、指通り性を阻害しない範囲で含有させることができる。水溶性樹脂中に占める他のビニル単量体由来の構成単位の割合が多いと水溶性が低下し両性界面活性剤溶液への溶解性が低下し、溶解したとしても析出性が低下してしまう。したがって、水溶性樹脂中に占める他のビニル単量体に由来する構成単位の割合は30重量%以下が好ましい。

【0043】

本発明に係る水溶性樹脂は、常温、すなわち25℃で、5重量%濃度の水溶液を形成し得るもの、すなわち、5重量%水溶液が均一かつ安定のものであるのが好ましい。このような水溶液は、エタノール等を加えても界面活性が低下しにくい特性を有する。

本発明に係る水溶性樹脂は、それぞれの構成単位を与える単量体又はその前駆体を混合し、溶液重合、懸濁重合等の公知の方法により(共)重合させた後、必要に応じてカチオン化反応、両性化反応又は半極性化反応等を行うことにより製造することができる。

【0044】

重合反応は、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、イソブタノール、s-ブタノール、水等の親水性溶媒中で行うのが好ましい。これらは単独で用いても、2種以上を併用してもよい。通常はアルコール又はアルコールと水の混合溶媒を用いる。

重合開始剤としては、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)、2,2'-アゾビス(4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル)、ジメチル-2,2'-アゾビスイソブチレート、2,2'-アゾビス(2-メチルブチロニトリル)、1,1'-アゾビス(1-シクロヘキサンカルボニトリル)等のアゾ化合物；ベンゾイルパーオキシド、ジクミルパーオキシド、ジ-tert-ブチルパーオキシド、ラウロイルパーオキシド等の過酸化物などを用いればよい。重合開始

10

20

30

40

50

剤は全単量体に対して、通常は0.01～5重量%の範囲で用いる。

【0045】

反応は、通常は窒素やアルゴン等の不活性ガス雰囲気下で、30～120℃、好ましくは40～100℃で1～30時間行えばよい。

重合開始剤の種類及び量、反応温度、反応溶媒、単量体濃度等の反応条件を適宜選択して、生成する重合体の重量平均分子数が2,000～1,000,000となるように重合させるのが好ましい。重量平均分子量が小さいとべたつきあり、水分の保持能力が劣ることがある。逆に、重量平均分子量が大きいと粘度が高くなり、製造の際の取り扱いが困難になることがある。

【0046】

得られた重合体はそのまま、又は更に精製して用いてもよい。精製は再沈殿、溶媒洗浄、膜分離など公知の適宜の手段で行うことができる。

なお、長鎖アルキル基を含有するカチオン性ビニル単量体等の代りに、その前駆体を重合させた後、カチオン化など前駆体の重合体にカチオン化やアミノオキサイド化などの処理を行う場合には、その前駆体の重合体溶液にそれぞれの反応剤を加えて、20～100℃で1～20時間反応させればよい。なお、反応はカチオン性基形成反応、アミノオキサイド化反応、及び中和反応の順に行うのが好ましい。

【0047】

本発明に係る毛髪化粧料は、上記方法で得られた水溶性樹脂及び両性界面活性剤を水に溶解させることにより調製することができる。両性界面活性剤の濃度としては、10～30重量%が好ましい。両性界面活性剤の濃度が低いと毛髪化粧料としての機能を発揮することができず、逆に濃度が高すぎると粘度が高くなり扱い難くなる。また、水溶性樹脂の濃度としては、0.1～1重量%が好ましい。水溶性樹脂の濃度が低いと指通り性が低下し、逆に濃度が高いと乾燥後に違和感などを呈することがある。

【0048】

両性界面活性剤及び水溶性樹脂を上記濃度範囲とすることにより、得られた毛髪化粧料中に両性界面活性剤と水溶性樹脂との複合体が形成され、洗髪や濯ぎの際にこの複合体が析出し、毛髪に付着することにより良好な指通り性を与える。これらの特性を十分に発現させるには、常温で透明であり、水で5倍に希釈すると、希釈液が不均一又は不透明となるものが好ましい。また、本発明に係る毛髪化粧料は、655nm波長における透過率が65%以上であるものが好ましい。この透過率が、80%以上、特に95%以上であれば、更に好ましい。

【実施例】

【0049】

以下に実施例により、本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、重量平均分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（装置：東ソー株式会社製、SC8010、SD8022、RI8020、CO8011、PS8010、カラム：和光純薬工業株式会社 Wakopak (Wakobeads G-50)、展開溶媒：水／メタノール／酢酸／酢酸ナトリウム＝6／4／0.3／0.41）を用いて測定した。

【0050】

（実施例1）

<重合反応>

還流冷却器、滴下漏斗、温度計、窒素ガス導入管及び攪拌装置を備えた反応器内に、ジメチルアミノプロピルメタクリルアミド（以下「DMAPMA」という。）100重量部、エタノール100重量部、及びジメチルアゾビスメチルプロピオネイト（V-601；WAKO社製）0.2重量部を仕込んだ。反応器内の空気を窒素置換した後、内温を2時間かけて80℃まで昇温し、80℃で10時間攪拌した後、室温まで冷却した。なお、昇温開始6時間後にジメチルアゾビスメチルプロピオネイト0.5重量部を追加した。

【0051】

10

20

30

40

50

<カチオン化反応>

反応器を内温を60℃まで昇温し、蒸留水200重量部を添加した後、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルジメチルドデシルアンモニウムクロリド（以下「CDDA」という。）の30重量%水溶液（四日市合成社製）67重量部を1時間かけて滴下し、同温度で6時間攪拌した。

【0052】

<オキシド化反応>

次いで、エチレンジアミン四酢酸0.1重量部を加え、過酸化水素の35重量%水溶液51重量部を2時間かけて滴下し、更に6時間攪拌した後、室温まで冷却した。

【0053】

<重合体溶液の調製>

反応生成液中のエタノールを加熱留去した後、蒸留水を加えてDMAPMAのCDDAによる四級化物（以下「DMAPMA-CDDA」という。）とDMAPMAの過酸化水素によるアミンオキシド化物（以下「DMAPMA-O」という。）のモル比が10:90である重合体（1）の5重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、90,000であった。

【0054】

（実施例2）

<重合反応>

実施例1と同様の反応器内にエタノール100重量部、及びジメチルアゾビスメチルプロピオネイト0.5重量部を仕込んだ。反応器内の空気を窒素置換し、内温を80℃まで昇温した後、DMAPMA100重量部を2時間かけて滴下し、同温度で10時間攪拌した後、室温まで冷却した。なお、滴下終了から2時間後にジメチルアゾビスメチルプロピオネイト0.5重量部を追加した。

【0055】

<カチオン化反応>

反応器を内温60℃まで昇温し、蒸留水を200重量部添加した後、CDDAの30重量%水溶液134重量部を1時間かけて滴下し、更に6時間攪拌した。

【0056】

<オキシド化反応>

次いで、エチレンジアミン四酢酸0.1重量部を加え、過酸化水素の35重量%水溶液46重量部を2時間かけて滴下し、更に6時間攪拌した後、室温まで冷却した。

【0057】

<重合体溶液の調製>

反応生成液中のエタノールを加熱留去した後、蒸留水を加えてDMAPMA-CDDA:DMAPMA-Oのモル比が20:80である重合体（2）の5重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、50,000であった。

【0058】

（実施例3）

<重合反応>

実施例1と同様の反応器内にエタノール150重量部、及びジメチルアゾビスメチルプロピオネイト2重量部を仕込んだ。反応器内の空気を窒素置換し、内温を80℃まで昇温した後、DMAPMA100重量部を2時間かけて滴下し、同温度で10時間攪拌した後、室温まで冷却した。なお、滴下終了から2時間後にジメチルアゾビスメチルプロピオネイト0.5重量部を追加した。

【0059】

<カチオン化反応>

反応器を内温60℃まで昇温し、蒸留水を200重量部添加した後、CDDAの30重量%水溶液201重量部を1時間かけて滴下し、更に6時間攪拌した。

【0060】

10

20

30

40

50

<オキサイド化反応>

次いで、エチレンジアミン四酢酸 0.1 重量部を加え、過酸化水素の 35 重量%水溶液 40 重量部を 2 時間かけて滴下し、更に 6 時間攪拌した後、室温まで冷却した。

【0061】

<重合体溶液の調製>

反応生成液中のエタノールを加熱留去した後、蒸留水を加えて DMAPMA-CDDA : DMAPMA-O のモル比が 30 : 70 である重合体 (3) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、22,000 であった。

【0062】

(実施例 4)

<重合反応>

実施例 1 と同様の反応器内に DMAPMA 100 重量部、蒸留水 100 重量部、及びアソビスアミジノプロパン二塩酸塩 (V-50; WAKO 社製) 0.5 重量部を仕込んだ。反応器内の空気を窒素置換した後、内温を 2 時間かけて 70℃まで昇温した後、同温度で 10 時間攪拌した後、室温まで冷却した。なお、昇温開始 6 時間後にアソビスアミジノプロパン二塩酸塩 0.5 重量部を追加した。

【0063】

<カチオン化反応>

反応器を内温 60℃まで昇温し、蒸留水を 200 重量部添加し、CDDA の 30 重量%水溶液 34 重量部を 1 時間かけて滴下した後、更に 6 時間攪拌した。

【0064】

<中和反応>

次いで、乳酸 (LA) の 90%水溶液 56 重量部を添加し、60℃で 30 分攪拌した。

【0065】

<重合体溶液の調製>

反応生成液に蒸留水を加えて DMAPMA-CDDA と DMAPMA の乳酸による中和物 (以下「DMAPMA-LA」という。) のモル比が 5 : 95 である重合体 (4) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、603,000 であった。

【0066】

(実施例 5)

実施例 1 において、CDDA の 30 重量%水溶液 67 重量部に代えて CDDA の 30 重量%水溶液 134 重量部を用いてカチオン化反応を行い、エチレンジアミン四酢酸 0.1 重量部及び過酸化水素水溶液 51 重量部を用いたオキサイド化反応を行わず、代わりに 90%乳酸水溶液 47 重量部を添加し 60℃で 30 分攪拌する中和反応を行った以外は、実施例 1 と同様にして DMAPMA-CDDA : DMAPMA-LA のモル比が 20 : 80 である重合体 (5) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、90,000 であった。

【0067】

(実施例 6)

実施例 3 において、エチレンジアミン四酢酸 0.1 重量部及び過酸化水素水溶液 40 重量部を用いたオキサイド化反応を行わず、代わりに 90%乳酸水溶液 41 重量部を添加し 60℃で 30 分攪拌する中和反応を行った以外は、実施例 3 と同様にして DMAPMA-CDDA : DMAPMA-LA のモル比が 30 : 70 である重合体 (6) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、22,000 であった。

【0068】

(実施例 7)

実施例 1 において、CDDA の 30 重量%水溶液 67 重量部に代えて CDDA の 30 重量%水溶液 268 重量部を用いてカチオン化反応を行い、エチレンジアミン四酢酸 0.1

10

20

30

40

50

重量部及び過酸化水素水溶液 51 重量部を用いたオキサイド化反応を行わず、90%乳酸水溶液 35 重量部を添加し 60℃で 30 分攪拌する中和反応を行った以外は、実施例 1 と同様に DMAPMA-CDDA : DMAPMA-LA のモル比が 40 : 60 である重合体 (7) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、22,000 であった。

【0069】

(実施例 8)

実施例 3 において、DMAPMA 100 重量部に代えてジメチルアミノエチルメタクリレート (以下「DMMA」という。) 100 重量部を用いて重合反応を行い、CDDA の 30 重量%水溶液 201 重量部に代えて CDDA の 30 重量%水溶液 73 重量部を用いてカチオン化反応を行い、更にエチレンジアミン四酢酸 0.1 重量部及び過酸化水素水溶液 40 重量部を用いたオキサイド化反応を行わず、代わりに 90%乳酸水溶液 57 重量部を添加し 60℃で 30 分攪拌する中和反応を行った以外は、実施例 3 と同様に DMMA-CDDA : DMMA-LA のモル比が 10 : 90 である重合体 (8) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、152,000 であった。

10

【0070】

(実施例 9)

実施例 3 において、CDDA の 30 重量%水溶液 201 重量部に代えて CDDA の 30 重量%水溶液 670 重量部を用いてカチオン化反応を行い、エチレンジアミン四酢酸 0.1 重量部及び過酸化水素水溶液 40 重量部を用いたオキサイド化反応を行わなかった以外は、実施例 3 と同様に DMAPMA-CDDA のホモポリマーである重合体 (9) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、22,000 であった。

20

【0071】

(比較例 1)

実施例 1 において、CDDA の 30 重量%水溶液 67 重量部を用いたカチオン化反応を行わずに、過酸化水素の 35 重量%水溶液 51 重量部に代えて過酸化水素 35 重量%水溶液 40 重量部を用いたオキサイド化反応を行い、蒸留水 100 重量部を加えた後にエタノールを留去した以外は、実施例 1 と同様に DMAPMA-O のホモポリマーである重合体 (10) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、90,000 であった。

30

【0072】

(比較例 2)

実施例 1 において、CDDA の 30 重量%水溶液 67 重量部を用いたカチオン化反応、並びにエチレンジアミン四酢酸 0.1 重量部及び過酸化水素の 35 重量%水溶液 51 重量部を用いたオキサイド化反応を行わず、代わりに 90%乳酸水溶液 59 重量部を添加し 60℃で 30 分攪拌する中和反応を行い、蒸留水 100 重量部を加えた後にエタノールを留去した以外は、実施例 1 と同様に DMAPMA-LA のホモポリマーである重合体 (11) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、90,000 であった。

40

【0073】

(比較例 3)

実施例 3 において、DMAPMA 100 重量部に代えて DMMA 100 重量部を用いて重合反応を行い、CDDA の 30 重量%水溶液 201 重量部を用いたカチオン化反応、並びにエチレンジアミン四酢酸 0.1 重量部及び過酸化水素の 35 重量%水溶液 40 重量部を用いたオキサイド化反応を行わず、90%乳酸水溶液 64 重量部を添加し 60℃で 30 分攪拌する中和反応を行い、蒸留水 100 重量部を加えた後にエタノールを留去した以外は、実施例 3 と同様に DMMA-LA のホモポリマーである重合体 (12) の 5 重量%水溶液を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、121,000

50

であった。

【0074】

(比較例4)

実施例1において、DMAPMA 100重量部に代えてDMAPMA 86重量部及びラウリルメタクリレート(LMA) 14重量部を用いて重合反応を行い、CDDAの30重量%水溶液67重量部を用いたカチオン化反応を行わず、過酸化水素の35重量%水溶液51重量部に代えて過酸化水素の35重量%水溶液49重量部を用いたオキシド化反応を行い、蒸留水100重量部を加えた後にエタノールを留去した以外は、実施例1と同様にしてLMA:DMAPMA-Oのモル比が10:90である重合体(13)を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、77,000であった。

10

【0075】

(比較例5)

実施例1において、CDDAの30重量%水溶液67重量部に代えて3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド(以下「CM」という。)の65重量%水溶液(四日市合成社製)34重量部を用いてカチオン化反応を行い、過酸化水素の35重量%水溶液51重量部に代えて過酸化水素の35重量%水溶液46重量部を用いたオキシド化反応を行い、蒸留水100重量部を加えた後にエタノールを留去した以外は、実施例1と同様にしてDMAPMA-CM:DMAPMA-Oのモル比が20:80である重合体(14)を得た。なお、重合反応で生成した重合体の重量平均分子量は、90,000であった。

20

【0076】

(毛髪化粧料)

上記重合体(1)~(14)及び両性界面活性剤であるラウリルアミドプロピルベタイン $[C_{12}H_{25}CONH(CH_2)_3N^+(CH_3)_2CHCOO^-]$ を、それぞれ表1に示す濃度となるように蒸留水に溶解させ、毛髪化粧料を製造した。この毛髪化粧料について、以下の方法により、透過率、析出性及び指通り性を評価した。表1にその結果を合わせて示す。

【0077】

<透過率>

ラウリルアミドプロピルベタイン15%、樹脂0.5%での状態を観察した。均一透明に溶解していないものについては、樹脂添加量を減少あるいは界面活性剤量を増加することにより均一透明に溶解する状態を探った。均一に溶解したものについては655nm波長における透過率を測定して溶解性の指標とした。分光光度計(日本分光株式会社製、V-530型紫外可視分光光度計)を用いて測定。対照側ホルダーには水を入れた

30

【0078】

<析出性>

上記透過率の測定に用いた水溶液を、5倍希釈(4倍量の蒸留水を添加して攪拌)し、1時間静置した後の状態を以下の4段階に分類することにより評価した。

析出多:多量の析出物が見られる

析出少:少量の析出物が見られる

白濁:析出物は見られないが透明ではない

透明:希釈しても白濁などが見られない

40

【0079】

<指通り性>

長さ23cm、重さ10gの毛髪の束を水に浸して軽く絞った後、これに上記透過率の測定に用いた水溶液1.0gを塗布して洗髪した。次いで、流水中で指を通して濯ぎ、そのときの指通りの感触を、ラウリルアミドプロピルベタイン15%水溶液を標準とし、それとの感触の差を下記の4段階で評価した。

5:標準よりかなり良いと感じ、その感じが持続する

4:標準よりかなり良いと感じる

50

- 3 : 標準より良いと感じる
 - 2 : 標準より若干良いと感じる
 - 1 : 標準と同じ
- 【 0 0 8 0 】

【表 1】

表 1

樹脂		界面活性剤濃度 (%)	透過率 (%)	析出性	指通り性
重合体	濃度 (%)				
(1)	0.5	15	100	析出少	4
(2)	0.5	15	100	析出多	5
(3)	0.5	15	100	析出多	5
(4)	0.5	15	100	析出少	3
(5)	0.5	15	67	析出多	4
	0.3	15	100	析出多	4
(6)	0.5	15	(析出)	—	—
	0.2	15	100	析出多	4
(7)	0.5	15	(析出)	—	—
	0.2	15	88	析出多	4
	0.1	15	100	析出少	3
(8)	0.5	15	100	析出少	3
(9)	0.5	15	(析出)	—	—
	0.5	30	100	析出多	3
	0.1	15	39	析出少	2
(10)	0.5	15	100	透明	1
(11)	0.5	15	100	透明	1
(12)	0.5	15	100	透明	1
(13)	0.5	15	100	透明	1
(14)	0.5	15	100	透明	1
樹脂無し		15	100	透明	1
JR400	0.5	15	100	透明	1
Merquat550	0.5	15	100	透明	1

JR400： カチオン化ヒドロキシエチルセルロース

Merquat550： ジメチルジアリルアンモニウムクロリド・アクリルアミド共重合体

10

20

30

40

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2005-075861

(43)Date of publication of application : 24.03.2005

(51)Int.Cl.

C08F 20/02

A61K 7/06

(21)Application number : 2003-305016

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEMICALS CORP

(22)Date of filing : 28.08.2003

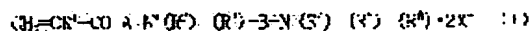
(72)Inventor : YODA YOSHIYA

(54) WATER-SOLUBLE RESIN AND HAIR COSMETIC CONTAINING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a water-soluble resin which gives good conditioning effects such as good finger passableness to a hair cosmetic, when added to the hair condition containing an amphoteric surfactant as a main component.

SOLUTION: This water-soluble resin is characterized by containing structural units originating from a cationic vinyl monomer containing a long chain alkyl group represented by general formula (1) (A and B are each a divalent bonding group; R1 is H or methyl; R2 to R5 are each independently a 1 to 3C alkyl; R6 is a 6 to 30C alkyl; X is a monovalent anion).



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

01.03.2006

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPJ are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

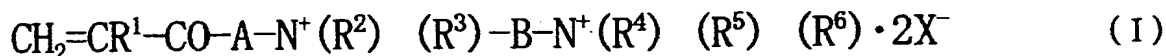
CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]

The following general formula (I)

[Formula 1]



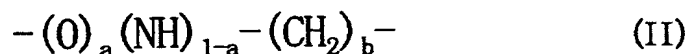
(A and B express a divalent joint radical among a formula, respectively, R1 expresses a hydrogen atom or a methyl group, R2-R5 express independently the alkyl group of carbon numbers 1-3, respectively, R6 expresses the alkyl group of carbon numbers 6-30, and X expresses a univalent anion.)

Water soluble resin characterized by including the configuration unit originating in the cationic vinyl monomer which comes out and contains the long-chain alkyl group expressed.

[Claim 2]

The divalent joint radical A is the following general formula (II).

[Formula 2]



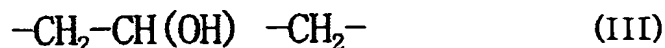
(a expresses 0 or 1 among a formula, and b expresses the integer of 2-6.)

Water soluble resin according to claim 1 which comes out and is characterized by being the radical expressed.

[Claim 3]

The divalent joint radical B is the following general formula (III).

[Formula 3]



Water soluble resin according to claim 1 or 2 which comes out and is characterized by being the radical expressed.

[Claim 4]

Furthermore, water soluble resin according to claim 1 to 3 characterized by including the configuration unit originating in hydrophilic vinyl monomers other than a general formula (I).

[Claim 5]

Water soluble resin according to claim 4 with which a hydrophilic vinyl monomer is characterized by being a cationic radical content vinyl monomer, a betaine radical content vinyl monomer, or an amine oxide radical content vinyl monomer.

[Claim 6]

the configuration unit to which water soluble resin originates in a general formula (I) — more than 1 mol % — the water soluble resin according to claim 1 to 5 characterized by containing.

[Claim 7]

Water soluble resin according to claim 1 to 6 characterized by being what water soluble resin dissolves in water by concentration 5% of the weight.

[Claim 8]

Hair cosmetics characterized by containing water soluble resin and an amphoteric surface active agent according to claim 1 to 7.

[Claim 9]

Hair cosmetics according to claim 8 characterized by being a water solution containing 10 – 30 % of the weight of amphoteric surface active agents, and 0.1 – 1 % of the weight of water soluble resin.

[Claim 10]

Hair cosmetics according to claim 8 or 9 to which an amphoteric surface active agent is characterized by being a lauryl amide propyl betaine.

[Claim 11]

Hair cosmetics according to claim 9 or 10 to which a diluent is characterized by the ununiformity or becoming opaque when it is transparent and dilutes with ordinary temperature 5 times with water.

[Claim 12]

Hair cosmetics to which a diluent is characterized by the ununiformity or becoming opaque when 10 – 30 % of the weight of amphoteric surface active agents and 0.1 – 1 % of the weight of water soluble resin were contained, and it is transparent and dilutes with ordinary temperature 5 times with water.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPJ are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[Field of the Invention]

[0001]

This invention relates to the water soluble resin which gives the conditioning effectiveness, such as a sex, to the hair processed by these hair cosmetics as a good finger, when it adds about water soluble resin to the hair cosmetics which use especially an amphoteric surface active agent as a principal component.

[Background of the Invention]

[0002]

In order to give good feels, such as a sex and flexibility, as the finger of the hair after a shampoo, the so-called conditioning agent is blended with hair cosmetics, such as a shampoo, a rinse, a treatment agent, and a set agent. For example, although cationic conditioning agents, such as a cationized hydroxy cellulose, are blended, this cationic conditioning agent forms in a shampoo the anionic surfactant and complex which are a washing component, and is usually dissolving in it. And when this complex is diluted with water, deposits in the case of a shampoo or a rinse and adheres to hair, the sex is given to hair as the good finger.

[Description of the Invention]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]

[0003]

However, the hair cosmetics which use an anionic surfactant as a principal component have the problem of being easy to hurt one's hair, while detergency is high.

On the other hand, the hair cosmetics which use an amphoteric surface active agent as a principal component have the property of being hard to hurt one's hair in order to show moderate detergency. However, in order that a cationic conditioning agent may not form an amphoteric surface active agent and complex, it does not deposit on the occasion of a shampoo or a rinse, but usually has the problem that a sex is bad, as the finger of hair.

[0004]

Therefore, this invention makes it a technical problem to offer the resin for conditioning which gives the hair cosmetics which show a sex as a good finger by using an amphoteric surface active agent for the hair cosmetics used as a principal component.

[Means for Solving the Problem]

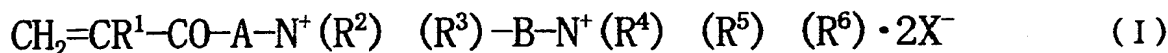
[0005]

When this invention person inquired wholeheartedly in view of the above-mentioned technical problem, he used the amphoteric surface active agent as the principal component, and completed a header and this invention for a sex being shown as a finger with the good hair cosmetics containing the water soluble resin which consists of a configuration unit originating in the cationic vinyl monomer (henceforth "the vinyl nature monomer containing a long-chain alkyl group") containing a long-chain alkyl group and two or more cationic radicals.

That is, the summary of this invention is the following general formula (I).

[0006]

[Formula 4]



[0007]

(A and B express a divalent joint radical among a formula, respectively, R1 expresses a hydrogen atom or a methyl group, R2-R5 express independently the alkyl group of carbon numbers 1-3, respectively, R6 expresses the alkyl group of carbon numbers 6-30, and X expresses a univalent anion.)

It consists in the water soluble resin characterized by including the configuration unit originating in the cationic vinyl monomer which comes out and contains the long-chain alkyl group expressed. In addition, in this specification, an

amphoteric surface active agent means the compound which has half-polar groups, such as a compound which has a both-sexes radical in hydrophilic parts, such as an aminoacetic acid betaine, an imidazolium betaine, sulfobetaine, and an amide propyl betaine, or amine oxide.

[Effect of the Invention]

[0008]

The hair cosmetics which blended the resin and the amphoteric surface active agent which do not include the configuration unit originating in the cationic vinyl monomer containing a long-chain alkyl group are inferior to the sex to the hair cosmetics which blended the water soluble resin and the amphoteric surface active agent concerning this invention being excellent in a sex as a finger as the finger.

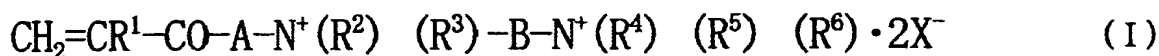
[Best Mode of Carrying Out the Invention]

[0009]

The water soluble resin concerning this invention includes the configuration unit originating in the cationic vinyl monomer containing the long-chain alkyl group expressed with the following general formula (I).

[0010]

[Formula 5]



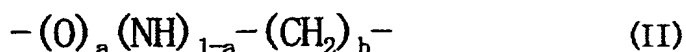
[0011]

(A and B express a divalent joint radical among a formula, respectively, R1 expresses a hydrogen atom or a methyl group, R2-R5 express independently the alkyl group of carbon numbers 1-3, respectively, R6 expresses the alkyl group of carbon numbers 6-30, and X expresses a univalent anion.)

As A, it is the following general formula (II).

[0012]

[Formula 6]



[0013]

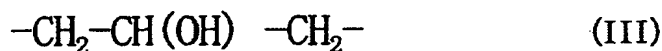
(a expresses 0 or 1 among a formula, and b expresses the integer of 2-6.)

It comes out, what is expressed is mentioned and the integer of 2-4 is desirable as b.

As B, the alkylene group of carbon numbers 2-6 which may have the hydroxyl group is mentioned, and it is the following general formula (III).

[0014]

[Formula 7]



[0015]

It comes out and what is expressed is desirable.

When there are few carbon numbers of R6, a sex may fall as a finger. On the contrary, when there are too many carbon numbers, the hydrophobicity of the resin for conditioning agents may become high, the combination nature to hair cosmetics may fall, and manufacture of water soluble resin may become difficult. Therefore, as a carbon number of R6, 10-22, especially 12-18 are desirable.

[0016]

As a cationic vinyl monomer containing a long-chain alkyl group For example, the acrylate which has the third class amino groups, such as N-(meta) acryloyloxyethyl-N and N-dimethylamine, (meta) The acrylamides which have the third class amino groups, such as N-(meta) acryloyl aminopropyl-N and N-dimethylamine, (meta) 3-chloro-2-hydroxypropyl-N and N-dimethyl-N-octyl ammonium chloride, What was formed into 4 class by 3-chloro-2-hydroxypropyl-N and N-dimethyl-N-lauryl ammonium chloride or 3-chloro-2-hydroxypropyl-N, and N-dimethyl-N-stearyl ammonium chloride is mentioned. Especially, the fourth class ghost of fourth class ghost [by N-(meta) acryloyloxyethyl-N, 3-chloro-2-hydroxypropyl-N / of N-dimethylamine /, and N-dimethyl-N-lauryl ammonium

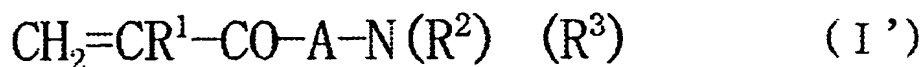
chloride] or N-(meta) acryloyl aminopropyl-N, 3-chloro-2-hydroxypropyl-N [of N-dimethylamine], and N-dimethyl-N-lauryl ammonium chloride is desirable.

[0017]

Water soluble resin including the configuration unit originating in the cationic vinyl monomer containing a long-chain alkyl group can be manufactured by cation-izing by the cation-ized agent which has a cationic radical containing a long-chain alkyl group, after carrying out the polymerization of the precursor of the cationic vinyl monomer containing the long-chain alkyl group which is made to carry out the polymerization of the cationic vinyl monomer containing the long-chain alkyl group of a general formula (I) with a conventional method, or is expressed with the following general formula (I').

[0018]

[Formula 8]



[0019]

(A, and R1-R3 are synonymous with the above among a formula.)

As a precursor of the cationic vinyl monomer containing the long-chain alkyl group expressed with a general formula (I') For example, N-(meta) acryloyloxyethyl-N and N-dimethylamine, The acrylate which has the third class amino groups, such as N-(meta) acryloyloxyethyl-N and N-diethylamine, (meta) The acrylamides which have the third class amino groups, such as N-(meta) acryloyl aminopropyl-N and N-dimethylamine, N-(meta) acryloyl aminopropyl-N, and N-diethylamine, (meta) are mentioned. Moreover, as a cation-ized agent containing a long-chain alkyl group, 3-chloro-2-hydroxypropyl-N and N-dimethyl-N-octyl ammonium chloride, 3-chloro-2-hydroxypropyl-N, and N-dimethyl-N-lauryl ammonium chloride, 3-chloro-2-hydroxypropyl-N, and N-dimethyl-N-stearyl ammonium chloride etc. is mentioned, for example.

In addition, one kind may be independently used for the cation-ized agent which has the cationic vinyl monomer containing these long-chain alkyl groups, its precursor, and a cationic radical containing a long-chain alkyl group, or it may use two or more kinds together.

[0020]

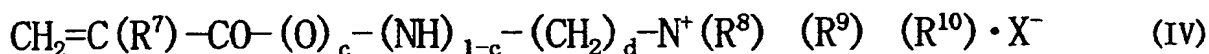
water soluble resin — further — a general formula (I) — or (I') may include the configuration unit originating in a monomer and a copolymerizable hydrophilic vinyl monomer. As such a hydrophilic vinyl monomer, a cationic vinyl monomer, an anionic vinyl monomer, a nonionic vinyl monomer, a both-sexes vinyl monomer, or a half-polarity vinyl monomer is mentioned. Since combination nature and a conditioning property are excellent, a cationic vinyl monomer, a both-sexes vinyl monomer, or a half-polarity vinyl monomer is [among these] desirable. In addition, in this specification, as for a hydrophilic vinyl monomer, the solubility of 20 or more and its homopolymer fills [the solubility (g/100g water) to 20-degree C distilled water] five or more either.

[0021]

As a cationic vinyl monomer, it is the following general formula (IV).

[0022]

[Formula 9]



[0023]

(R7 expresses a hydrogen atom or a methyl group among a formula, and R8 and R9 express independently the alkyl group of carbon numbers 1-3, respectively.) R10 expresses a hydrogen atom, the alkyl group of carbon numbers 1-24, an aryl group, an aralkyl radical, or -CH2-CH(OH)-CH2-N+ (R11) (R12) (R13) and Y-radical. R11-R13 express independently the alkyl group, aryl group, or aralkyl radical of carbon numbers 1-3, respectively. X- and Y- express an anion. c expresses 0 or 1. d expresses the integer of 2-6.

The acrylic ester which comes out and has the cationic radical expressed (meta), or (meta) an acrylic-acid amide is desirable.

[0024]

Since the hydrophilic property of the resin for conditioning agents will become low if there are many carbon numbers of R10, as a carbon number of R10, 1-8, especially 1-3 are desirable.

As an aryl group of R10, or R11-R13, a phenyl group, a naphthyl group, etc. are mentioned and a phenyl group is desirable.

As an aralkyl radical of R10, or R11-R13, benzyl, a phenylethyl radical, etc. are mentioned and benzyl is desirable.
[0025]

As X- and Y-, a chlorine ion, bromine ion, iodine ion, lactic-acid ion, fatty-acid ion, or the monoalkyl sulfate ion of carbon numbers 1-24 is mentioned.

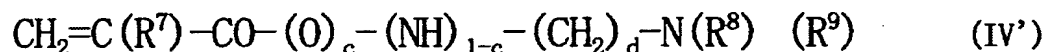
As a cationic vinyl system monomer expressed with a general formula (IV) For example, N-(meta) acryloyloxyethyl - N, N, and N-trimethylammonium chloride, N-(meta) acryloyloxyethyl-N and N-dimethylammonium lactic-acid neutralization object, An N-(meta) acryloyloxyethyl-N-ethyl-N and N-dimethylammonium = monoethyl sulfate, N-(meta) acryloyloxyethyl - N, N, and N-triethyl ammonium = monoethyl sulfate, N-[3-[N'-(meta) acryloyloxyethyl-N' and N'-dimethylammonium]-2-hydroxypropyl] - N, N, and N-trimethylammonium chloride — N-[3-[N'-(Meta) acryloyloxyethyl-N' and N'-diethyl ammonium]-2-hydroxypropyl]- acrylic ester, N-(meta) acryloyl aminopropyl - which has cationic radicals, such as N, N, and N-triethyl ammonium chloride, (meta) — N and N — N-trityl ammoniumchloride, N-(meta) acryloyl aminopropyl-N, and N-JICHIRU amine lactic-acid neutralization object, An N-(meta) acryloyl aminopropyl-N-ethyl-N and N-dimethylammonium = monoethyl sulfate, N-(meta) acryloyl aminopropyl-N and N-diethyl-N-methylammonium chloride, An N-(meta) acryloyl aminopropyl-N and N-diethyl-N-methylammonium = monomethyl sulfate, N-[3-[N'-(meta) acryloyl aminopropyl-N' and N'-dimethylammonium]-2-hydroxypropyl] - N, N, and N-trimethylammonium chloride — N-[3-[N'-(meta) acryloyl aminopropyl-N' and N'-diethyl ammonium]-2-hydroxypropyl] - the acrylamides which have cationic radicals, such as N, N, and N-trimethylammonium chloride, (meta) are mentioned.

[0026]

or [that water soluble resin including the configuration unit of these cationic vinyl monomer origins carries out copolymerization of the cationic vinyl monomer and the cationic vinyl monomer of a general formula (IV) containing the long-chain alkyl group of a general formula (I) with a conventional method] — or the following general formula (IV')

[0027]

[Formula 10]



[0028]

(R7-R9 are synonymous with the above among a formula.)

After coming out and carrying out copolymerization of the cationic vinyl monomer precursor expressed, it can manufacture by cation-izing by the cation-ized agent.

The acrylamides which have the third class amines, such as acrylic ester; N-(meta) acryloyl aminopropyl-N [which has the third class amines, such as N-(meta) acryloyloxyethyl-N and N-dimethylamine, N-(meta) acryloyloxyethyl-N, and N-diethylamine, (meta)], N-dimethylamine, N-(meta) acryloyl aminopropyl-N, and N-diethylamine, as a cationic vinyl monomer precursor, for example (meta) are mentioned.

[0029]

as a cation-ized agent — a methyl clo lilac — alkyl halide [, such as id,] and 3-chloro-2-hydroxypropyl - cation radical content cation-ized agents, such as N, N, and N-trimethylammonium chloride, etc. are mentioned.

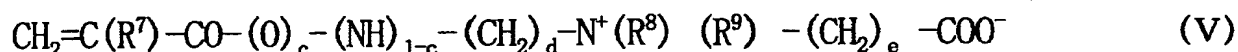
In addition, one kind may be independently used for a cationic vinyl monomer or its precursor, or it may use two or more kinds together.

[0030]

As a both-sexes vinyl monomer, a betaine radical content vinyl monomer is mentioned and it is the following general formula (V) especially.

[0031]

[Formula 11]



[0032]

(It is synonymous with R7-R9, c, and d above among a formula, and e expresses the integer of 1-4.)

The acrylic ester which comes out and has the betaine radical expressed (meta), or (meta) an acrylic-acid amide is desirable.

As a vinyl system monomer which has the betaine radical expressed with a general formula (V) For example, N-

dimethylaminoethyl (meta) acrylate, N, and N-diethylaminoethyl (meta) acrylate, Acetic-acid betaine ghost; N of the acrylate which has the 3rd class amino groups, such as N and N-dimethylaminopropyl (meta) acrylate, N, and N-diethylamino propyl (meta) acrylate, (meta), N-dimethylaminoethyl (meta) acrylamide, N and N-diethylaminoethyl (meta) acrylamide, N, and N-dimethylaminopropyl (meta) acrylamide, The acetic-acid betaine ghost of the acrylamides which have the 3rd class amino groups, such as N and N-diethylamino propyl (meta) acrylamide, (meta) etc. is mentioned.

N-(meta) acryloyloxyethyl-N and N-dimethylamino acetic-acid betaine, N-(meta) acryloyl aminopropyl-N, and N-dimethylamino acetic-acid betaine is [among these] desirable.

[0033]

Water soluble resin including the configuration unit of the both-sexes vinyl monomer origin can be manufactured by both-sexes-izing by the both-sexes-sized agent, after carrying out copolymerization of the precursor of the cationic vinyl monomer which is made to carry out copolymerization of the cationic vinyl monomer containing the long-chain alkyl group of a general formula (I), and the vinyl system monomer which has the betaine radical of a general formula (V) with a conventional method, or is expressed with said general formula (IV'). At this time, demineralization processing etc. may be performed if needed.

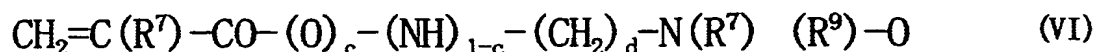
[0034]

As a both-sexes-sized agent, mono-halogenation acetate, such as monochloroacetic acid sodium and a monochloroacetic acid potassium, is mentioned.

As a half-polarity vinyl monomer, an amine oxide radical content vinyl monomer is mentioned, and it is the following general formula (VI).

[0035]

[Formula 12]



[0036]

(It is synonymous with R7-R9, c, and d above among a formula.)

The acrylic ester which comes out and has the amine oxide radical expressed (meta), or (meta) an acrylic-acid amide is desirable.

As a half-polarity vinyl monomer expressed with a general formula (VI) For example, N and N-dimethylaminoethyl (meta) acrylate, N, and N-diethylaminoethyl (meta) acrylate, The amine oxide ghost of the acrylate which has the 3rd class amino groups, such as N and N-dimethylaminopropyl (meta) acrylate, N, and N-diethylamino propyl (meta) acrylate, (meta), N and N-dimethylaminoethyl (meta) acrylamide, N, and N-diethylaminoethyl (meta) acrylamide, The amine oxide ghost of the acrylamides which have the 3rd class amino groups, such as N and N-dimethylaminopropyl (meta) acrylamide, N, and N-diethylamino propyl (meta) acrylamide, (meta) etc. is mentioned.

[0037]

N, N-(meta) acryloyloxyethyl-N [which is the amine oxide ghost of N-dimethylaminoethyl (meta) acrylate], N-dimethylamine oxide or N, N-(meta) acryloyl aminopropyl-N [that is the amine oxide ghost of N-dimethylaminopropyl (meta) acrylamide], N-dimethylamine oxide especially N-(meta) acryloyl aminopropyl-N, and N-dimethylamine oxide is [among these] desirable.

[0038]

Water soluble resin including the configuration unit of the half-polarity vinyl monomer origin can be manufactured by half-polarizing by the half-polarization agent, after carrying out copolymerization to the precursor of the cationic vinyl monomer which is made to carry out copolymerization of the cationic vinyl monomer containing the long-chain alkyl group of a general formula (I), and the vinyl system monomer which has the half-polar group of a general formula (VI) with a conventional method, or is expressed with said general formula (IV').

As a half-polarization agent, a hydrogen peroxide etc. is mentioned, for example.

[0039]

The configuration unit originating in the vinyl monomer of further others may be made to contain in water soluble resin. as other vinyl monomers — monoester [with polyhydric alcohol, such as ester; (meta) acrylic-acid and ethylene glycol or 1, and 3-propylene glycol,]; — the amide of the ester; (meta) acrylic acid by which the hydroxyl group of said monoester was etherified by the methanol, ethanol, etc., and the alkylamine of carbon numbers 1-22 etc. is mentioned. [with cyclic alcohol, such as an acrylic acid (meta), chain-like alcohol of carbon numbers 1-22, or tetrahydrofurfuryl alcohol,]

[0040]

The configuration unit originating in the cationic vinyl monomer containing the long-chain alkyl group occupied to the water soluble resin concerning this invention is usually more than 1 mol %. When there are few contents of this configuration unit, the formation force of complex may be weak and a sex may be inferior as deposit nature and a finger. Therefore, as for the rate of the configuration unit originating in the cationic vinyl monomer containing the

long-chain alkyl group occupied in water soluble resin, it is especially desirable more than 2 mol % and that it is more than 5 mol %.

[0041]

The configuration unit of the hydrophilic vinyl monomer origin has the operation which gives a hydrophilic property to water soluble resin, and the solubility to the water at the time of forming an amphoteric surface active agent and complex is maintained. The rate of the configuration unit originating in the hydrophilic vinyl monomer occupied in water soluble resin is usually less than [99 mol %]. When this rate is high, the formation force of the complex of an amphoteric surface active agent and water soluble resin may become weak, and a sex may be inferior as a finger. Therefore, 20-95-mol %, especially 50-90-mol % is desirable.

[0042]

The configuration unit of other vinyl system monomer origins can be made to contain in the range which does not check a sex as the combination nature of water soluble resin, deposit nature, and a finger. If there are many rates of the configuration unit of other vinyl monomer origins occupied in water soluble resin, water solubility falls, the solubility to an amphoteric surface active agent solution falls, and even if it dissolves, deposit nature will fall. Therefore, the rate of the configuration unit originating in other vinyl monomers occupied in water soluble resin has 30 or less desirable % of the weight.

[0043]

The water soluble resin concerning this invention is ordinary temperature, i.e., 25 degrees C, and what can form the water solution of concentration 5% of the weight, i.e., a 5-% of the weight water solution is the thing of homogeneity and stability, is desirable. Even if such a water solution adds ethanol etc., it has the property that surface activity cannot fall easily.

The water soluble resin concerning this invention can be manufactured by performing a cation-ized reaction, a both-sexes-ized reaction, or a half-polarization reaction if needed, after mixing the monomer which gives each configuration unit, or its precursor and carrying out a polymerization (**) by well-known approaches, such as solution polymerization and a suspension polymerization.

[0044]

It is desirable to perform a polymerization reaction in hydrophilic solvents, such as an acetone, a methyl ethyl ketone, methyl isobutyl ketone, a methanol, ethanol, propanol, isopropanol, a butanol, isobutanol, s-butanol, and water. These may be used independently or may use two or more sorts together. Usually, the mixed solvent of alcohol or alcohol, and water is used.

what is necessary is just to use peroxides, such as azo compound; benzoyl peroxide, such as 2,2'-azobis isobutyronitrile, 2, and 2'-azobis (2,4-dimethylvaleronitrile), 2, and 2'-azobis (4-methoxy-2,4-dimethylvaleronitrile), dimethyl -2, 2'-azobisisobutyrate, 2, and 2'-azobis (2-methyl butyronitrile), 1, and 1'-azobis (1-cyclohexane carbonitrile), JIKUMIRU peroxide, G t-butyl peroxide, and lauroyl peroxide, etc. as a polymerization initiator A polymerization initiator is usually used in 0.01 - 5% of the weight of the range to all monomers.

[0045]

What is necessary is just to usually perform preferably 30-120 degrees C of reactions at 40-100 degrees C under inert gas ambient atmospheres, such as nitrogen and an argon, for 1 to 30 hours.

Reaction conditions, such as a class of polymerization initiator and an amount, reaction temperature, a reaction solvent, and monomer concentration, are chosen suitably, and it is desirable to carry out a polymerization so that the weighted mean molecularity of the polymer to generate may be set to 2,000-1,000,000. It attaches, and it is and there is a thing with small weight average molecular weight which were able to fly and the maintenance capacity of moisture is [a thing] inferior. On the contrary, when weight average molecular weight is large, viscosity may become high and the handling in the case of manufacture may become difficult.

[0046]

the obtained polymer — as it is — or it may refine further and you may use. Well-known proper means, such as reprecipitation, solvent washing, and membrane separation, can perform purification.

In addition, what is necessary is to add each reaction agent to the polymer solution of the precursor, and just to make it react at 20-100 degrees C for 1 to 20 hours, when processing cation-izing, amine oxide-ization, etc. to polymers of precursors, such as cation[after carrying out the polymerization of the precursor instead of]-izing, such as a cationic vinyl monomer containing a long-chain alkyl group. In addition, it is desirable to perform a reaction in order of a cationic radical formation reaction, an amine oxide-ized reaction, and neutralization.

[0047]

The hair cosmetics concerning this invention can be prepared by dissolving in water the water soluble resin and the amphoteric surface active agent which were obtained by the above-mentioned approach. As concentration of an amphoteric surface active agent, 10 - 30 % of the weight is desirable. If the concentration of an amphoteric surface active agent is low, the function as hair cosmetics cannot be demonstrated, but if concentration is too high conversely, viscosity will become high and it will be hard coming to treat. Moreover, as concentration of water soluble resin, 0.1 - 1 % of the weight is desirable. If the concentration of water soluble resin is low, a sex will fall as a finger, and when concentration is conversely high, sense of incongruity etc. may be presented after desiccation.

[0048]

By making an amphoteric surface active agent and water soluble resin into the above-mentioned density range, the complex of an amphoteric surface active agent and water soluble resin is formed into the obtained hair cosmetics, this complex deposits in the case of a shampoo or a rinse, and a sex is given by adhering to hair as a good finger. In

order to make these properties fully discover, when it dilutes 5 times with water, an ununiformity or the thing of a diluent which becomes opaque is desirable [it is transparent in ordinary temperature, and]. Moreover, the hair cosmetics concerning this invention have that desirable whose permeability in 655nm wavelength is 65% or more. 80% or more, if this permeability is especially 95% or more, it is still more desirable.

[Example]

[0049]

Although an example explains this invention further below at a detail, this invention is not limited to these examples. In addition, weight average molecular weight was measured using gel permeation chromatography (equipment: the TOSOH CORP. make, SC8010, SD8022, RI8020, CO8011 and PS8010, column:Wako Pure Chem Industries Wakopak (Wakobeads G-50), expansion solvent:water / methanol / acetic-acid / sodium acetate =6/4/0.3/0.41).

[0050]

(Example 1)

<Polymerization reaction>

The dimethylaminopropyl methacrylamide (henceforth "DMPMA") 100 weight section, the ethanol 100 weight section, and the dimethyl azobis methylpropionate (product made from V-601;WAKO) 0.2 weight section were taught in the reactor equipped with a reflux condenser, a tap funnel, a thermometer, nitrogen gas installation tubing, and stirring equipment. After having carried out the temperature up of the internal temperature to 80 degrees C over 2 hours after carrying out the nitrogen purge of the air in a reactor, and stirring at 80 degrees C for 10 hours, it cooled to the room temperature. In addition, the dimethyl azobis methylpropionate 0.5 weight section was added 6 hours after temperature up initiation.

[0051]

<Cation-ized reaction>

After carrying out the temperature up of the internal temperature for the reactor to 60 degrees C and adding the distilled water 200 weight section, the 30-% of the weight water-solution (Yokaichi Gosei K.K. make) 67 weight section of 3-chloro-2-hydroxypropyl dimethyl dodecyl ammonium chloride (henceforth "CDDA") was dropped over 1 hour, and it stirred at this temperature for 6 hours.

[0052]

<Oxide-ized reaction>

Subsequently, after having added the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section, dropping the 35-% of the weight water-solution 51 weight section of a hydrogen peroxide over 2 hours and stirring for further 6 hours, it cooled to the room temperature.

[0053]

<Preparation of a polymer solution>

After carrying out heating distilling off of the ethanol in reaction generation liquid, distilled water was added and the mole ratio of the fourth class ghost (henceforth "DMPMA-CDDA") by CDDA of DMPMA and the amine oxide ghost (henceforth "DMPMA-O") by the hydrogen peroxide of DMPMA obtained the 5-% of the weight water solution of the polymer (1) which is 10:90. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 90,000.

[0054]

(Example 2)

<Polymerization reaction>

The ethanol 100 weight section and the dimethyl azobis methylpropionate 0.5 weight section were taught in the same reactor as an example 1. After having dropped the DMPMA100 weight section over 2 hours after carrying out the nitrogen purge of the air in a reactor and carrying out the temperature up of the internal temperature to 80 degrees C, and stirring at this temperature for 10 hours, it cooled to the room temperature. In addition, the dimethyl azobis methylpropionate 0.5 weight section was added 2 hours after dropping termination.

[0055]

<Cation-ized reaction>

After carrying out the temperature up of the reactor to the internal temperature of 60 degrees C and carrying out 200 weight sections addition of distilled water, the 30-% of the weight water-solution 134 weight section of CDDA was dropped over 1 hour, and it stirred for further 6 hours.

[0056]

<Oxide-ized reaction>

Subsequently, after having added the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section, dropping the 35-% of the weight water-solution 46 weight section of a hydrogen peroxide over 2 hours and stirring for further 6 hours, it cooled to the room temperature.

[0057]

<Preparation of a polymer solution>

After carrying out heating distilling off of the ethanol in reaction generation liquid, distilled water was added and the 5-% of the weight water solution of the polymer (2) whose mole ratio of DMPMA-CDDA:DMPMA-O is 20:80 was obtained. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 50,000.

[0058]

(Example 3)

<Polymerization reaction>

The ethanol 150 weight section and the dimethyl azobis methylpropionate 2 weight section were taught in the same reactor as an example 1. After having dropped the DMAPMA100 weight section over 2 hours after carrying out the nitrogen purge of the air in a reactor and carrying out the temperature up of the internal temperature to 80 degrees C, and stirring at this temperature for 10 hours, it cooled to the room temperature. In addition, the dimethyl azobis methylpropionate 0.5 weight section was added 2 hours after dropping termination.

[0059]

<Cation-ized reaction>

After carrying out the temperature up of the reactor to the internal temperature of 60 degrees C and carrying out 200 weight sections addition of distilled water, the 30-% of the weight water-solution 201 weight section of CDDA was dropped over 1 hour, and it stirred for further 6 hours.

[0060]

<Oxide-ized reaction>

Subsequently, after having added the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section, dropping the 35-% of the weight water-solution 40 weight section of a hydrogen peroxide over 2 hours and stirring for further 6 hours, it cooled to the room temperature.

[0061]

<Preparation of a polymer solution>

After carrying out heating distilling off of the ethanol in reaction generation liquid, distilled water was added and the 5-% of the weight water solution of the polymer (3) whose mole ratio of DMAPMA-CDDA:DMAPMA-O is 30:70 was obtained. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 22,000.

[0062]

(Example 4)

<Polymerization reaction>

The DMAPMA100 weight section, the distilled water 100 weight section, and the azobis amidinopropane dihydrochloride (product made from V-50; WAKO) 0.5 weight section were taught in the same reactor as an example 1. After carrying out the nitrogen purge of the air in a reactor, carrying out the temperature up of the internal temperature to 70 degrees C over 2 hours and stirring at this temperature for 10 hours, it cooled to the room temperature. In addition, the azobis amidinopropane dihydrochloride 0.5 weight section was added 6 hours after temperature up initiation.

[0063]

<Cation-ized reaction>

After carrying out the temperature up of the reactor to the internal temperature of 60 degrees C, carrying out 200 weight sections addition of distilled water and dropping the 30-% of the weight water-solution 34 weight section of CDDA over 1 hour, it stirred for further 6 hours.

[0064]

<Neutralization>

Subsequently, the 90% water-solution 56 weight section of a lactic acid (LA) was added, and it stirred at 60 degrees C for 30 minutes.

[0065]

<Preparation of a polymer solution>

Distilled water was added to reaction generation liquid, and the mole ratio of the neutralization object (henceforth "DMAPMA-LA") by the lactic acid of DMAPMA-CDDA and DMAPMA obtained the 5-% of the weight water solution of the polymer (4) which is 5:95. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 603,000.

[0066]

(Example 5)

In an example 1, replace with the 30-% of the weight water-solution 67 weight section of CDDA, and a cation-ized reaction is performed using the 30-% of the weight water-solution 134 weight section of CDDA. The oxide-ized reaction using the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section and the hydrogen-peroxide-solution solution 51 weight section is not performed. The 5-% of the weight water solution of the polymer (5) whose mole ratio of DMAPMA-CDDA:DMAPMA-LA is 20:80 like an example 1 was obtained except having performed neutralization which adds the lactic-acid water-solution 47 weight section 90% instead, and is stirred at 60 degrees C for 30 minutes. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 90,000.

[0067]

(Example 6)

In the example 3, the 5-% of the weight water solution of the polymer (6) whose mole ratio of DMAPMA-CDDA:DMAPMA-LA is 30:70 like an example 3 was obtained except having not performed the oxide-ized reaction using the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section and the hydrogen-peroxide-solution solution 40 weight section, but having performed neutralization which adds the lactic-acid water-solution 41 weight section 90% instead, and is stirred at 60 degrees C for 30 minutes. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 22,000.

[0068]

(Example 7)

In an example 1, replace with the 30-% of the weight water-solution 67 weight section of CDDA, and a cation-ized reaction is performed using the 30-% of the weight water-solution 268 weight section of CDDA. The oxide-ized reaction using the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section and the hydrogen-peroxide-solution solution 51 weight section is not performed. The 5-% of the weight water solution of the polymer (7) whose mole ratio of DMAPMA-CDDA:DMAPMA-LA is 40:60 like an example 1 was obtained except having performed neutralization which adds the lactic-acid water-solution 35 weight section 90%, and is stirred at 60 degrees C for 30 minutes. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 22,000.

[0069]

(Example 8)

In an example 3, replace with the DMAPMA100 weight section and a polymerization reaction is performed using the dimethylaminoethyl methacrylate (henceforth "DMMA") 100 weight section. Replace with the 30-% of the weight water-solution 201 weight section of CDDA, and a cation-ized reaction is performed using the 30-% of the weight water-solution 73 weight section of CDDA. Furthermore, the oxide-ized reaction using the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section and the hydrogen-peroxide-solution solution 40 weight section is not performed. The 5-% of the weight water solution of the polymer (8) whose mole ratio of DMMA-CDDA:DMMA-LA is 10:90 like an example 3 was obtained except having performed neutralization which adds the lactic-acid water-solution 57 weight section 90% instead, and is stirred at 60 degrees C for 30 minutes. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 152,000.

[0070]

(Example 9)

In the example 3, the 5-% of the weight water solution of the polymer (9) which is the homopolymer of DMAPMA-CDDA like an example 3 was obtained except having replaced with the 30-% of the weight water-solution 201 weight section of CDDA, having performed the cation-ized reaction using the 30-% of the weight water-solution 670 weight section of CDDA, and having not performed the oxide-ized reaction using the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section and the hydrogen-peroxide-solution solution 40 weight section. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 22,000.

[0071]

(Example 1 of a comparison)

In the example 1, it replaced with the 35-% of the weight water-solution 51 weight section of a hydrogen peroxide, the oxide-ized reaction using the 35 % of the weight water-solution 40 weight section of hydrogen peroxides was performed, without performing the cation-ized reaction using the 30-% of the weight water-solution 67 weight section of CDDA, and the 5-% of the weight water solution of the polymer (10) which is the homopolymer of DMAPMA-O like an example 1 was obtained except having distilled off ethanol, after adding the distilled water 100 weight section. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 90,000.

[0072]

(Example 2 of a comparison)

The cation-ized reaction using [on the example 1 and] the 30-% of the weight water-solution 67 weight section of CDDA, The oxide-ized reaction which used the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section and the 35-% of the weight water-solution 51 weight section of a hydrogen peroxide for the list is not performed. Neutralization which adds the lactic-acid water-solution 59 weight section 90% instead, and is stirred at 60 degrees C for 30 minutes was performed, and the 5-% of the weight water solution of the polymer (11) which is the homopolymer of DMAPMA-LA like an example 1 was obtained except having distilled off ethanol, after adding the distilled water 100 weight section. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 90,000.

[0073]

(Example 3 of a comparison)

In an example 3, replace with the DMAPMA100 weight section and a polymerization reaction is performed using the DMMA100 weight section. The cation-ized reaction using the 30-% of the weight water-solution 201 weight section of CDDA, The oxide-ized reaction which used the ethylenediaminetetraacetic acid 0.1 weight section and the 35-% of the weight water-solution 40 weight section of a hydrogen peroxide for the list is not performed. Neutralization which adds the lactic-acid water-solution 64 weight section 90%, and is stirred at 60 degrees C for 30 minutes was performed, and the 5-% of the weight water solution of the polymer (12) which is the homopolymer of DMMA-LA like an example 3 was obtained except having distilled off ethanol, after adding the distilled water 100 weight section. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 121,000.

[0074]

(Example 4 of a comparison)

In an example 1, replace with the DMAPMA100 weight section and a polymerization reaction is performed using the DMAPMA86 weight section and the lauryl methacrylate (LMA) 14 weight section. The cation-ized reaction using the 30-% of the weight water-solution 67 weight section of CDDA is not performed. Replace with the 35-% of the weight water-solution 51 weight section of a hydrogen peroxide, and the oxide-ized reaction using the 35-% of the weight water-solution 49 weight section of a hydrogen peroxide is performed. The polymer (13) whose mole ratio of

LMA:DMAPMA-O is 10:90 like an example 1 was obtained except having distilled off ethanol, after adding the distilled water 100 weight section. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 77,000.

[0075]

(Example 5 of a comparison)

In an example 1, replace with the 30-% of the weight water-solution 67 weight section of CDDA, and a cation-ized reaction is performed using the 65-% of the weight water-solution (Yokaichi Gosei K.K. make) 34 weight section of 3-chloro-2-hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride (henceforth "CM"). Replace with the 35-% of the weight water-solution 51 weight section of a hydrogen peroxide, and the oxide-ized reaction using the 35-% of the weight water-solution 46 weight section of a hydrogen peroxide is performed. The polymer (14) whose mole ratio of DMAPMA-CM:DMAPMA-O is 20:80 like an example 1 was obtained except having distilled off ethanol, after adding the distilled water 100 weight section. In addition, the weight average molecular weight of the polymer generated at the polymerization reaction was 90,000.

[0076]

(Hair cosmetics)

The above-mentioned polymer (1) It was made to dissolve in distilled water so that it may become the concentration which shows the lauryl amide propyl betaine $[C_{12}H_{25}CONH(CH_2)_3N^+(CH_3)_2CHCOO^-]$ which are - (14) and an amphoteric surface active agent in Table 1, respectively, and hair cosmetics were manufactured. About these hair cosmetics, the sex was evaluated by the following approaches as permeability, deposit nature, and a finger. It is shown doubling the result with Table 1.

[0077]

<Permeability>

The 0.5% [of resin] condition was observed lauryl amide propyl betaine 15%. About what is not being dissolved in homogeneity transparence, the condition of dissolving a resin addition in homogeneity transparence by increasing reduction or the amount of surfactants was explored. The permeability in 655nm wavelength was measured about what was dissolved in homogeneity, and it considered as the soluble index. It measures using a spectrophotometer (the Jasco Corp. make, V-530 mold spectrophotometer for ultraviolet and visible region). Water was put into the contrast side electrode holder.

[0078]

<Deposit nature>

It evaluated by classifying into the following four steps the condition after carrying out dilution (distilled water of an amount is added 4 times and it stirs) of the water solution used for measurement of the above-mentioned permeability 5 times and putting it for 1 hour.

*****: A lot of sludges are seen.

*****: A little sludge is seen.

Nebula: Although a sludge is not seen, it is not transparent.

Transparence: Nebula etc. is not seen even if it dilutes.

[0079]

It is as < finger sex >.

After dipping the bundle of hair with a die length [of 23cm], and a weight of 10g in water and extracting it lightly, 1.0g of water solutions used for measurement of the above-mentioned permeability was applied to this, and its hair was shampooed. subsequently, a stream — the finger was rinsed with through in inside, the lauryl amide propyl betaine 15% water solution was made into the criterion for the feel as the finger at that time, and the difference of a feel with that was evaluated in the four following steps.

5: From a criterion, it senses that it is quite good and the sensibility continues.

4: It is sensed that it is quite better than a criterion.

3: It is sensed that it is better than a criterion.

2: It is sensed that it is better than a criterion a little.

1: It is the same as a criterion.

[0080]

[Table 1]

表 1

樹脂		界面活性剤濃度	透過率 (%)	析出性	指通り性
重合体	濃度 (%)	(%)			
(1)	0.5	15	100	析出少	4
(2)	0.5	15	100	析出多	5
(3)	0.5	15	100	析出多	5
(4)	0.5	15	100	析出少	3
(5)	0.5	15	67	析出多	4
	0.3	15	100	析出多	4
(6)	0.5	15	(析出)	—	—
	0.2	15	100	析出多	4
(7)	0.5	15	(析出)	—	—
	0.2	15	88	析出多	4
	0.1	15	100	析出少	3
(8)	0.5	15	100	析出少	3
(9)	0.5	15	(析出)	—	—
	0.5	30	100	析出多	3
	0.1	15	39	析出少	2
(10)	0.5	15	100	透明	1
(11)	0.5	15	100	透明	1
(12)	0.5	15	100	透明	1
(13)	0.5	15	100	透明	1
(14)	0.5	15	100	透明	1
樹脂無し		15	100	透明	1
JR400	0.5	15	100	透明	1
Merquat550	0.5	15	100	透明	1

JR400 : カチオン化ヒドロキシエチルセルロース

Merquat550 : ジメチルジアリルアンモニウムクロリド・アクリルアミド共重合体

[Translation done.]